

(19)日本国特許庁 (JP)

(12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-286542

(43)公開日 平成11年(1999)10月19日

(51)Int.CI.
C08G 65/44

識別記号

F 1
C08G 65/44

(21)出願番号 特願平10-88777
(22)出願日 平成10年(1998)4月1日

審査請求 未請求 請求項の数4 O.L (全6頁)

(71)出願人 000000033
旭化成工業株式会社
大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号
(72)発明者 常盤 哲司
千葉県袖ヶ浦市中袖5番地1 旭化成工業
株式会社内
(72)発明者 上田 英二
千葉県袖ヶ浦市中袖5番地1 旭化成工業
株式会社内

(54)【発明の名称】改良されたポリフェニレンエーテルの製造方法

(57)【要約】

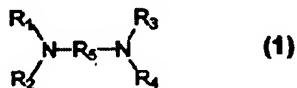
【課題】 2, 6-ジメチルフェノールを酸化重合させ
るポリフェニレンエーテルの製造において、重合活性が
向上された工業的に有益な製造方法を提供する。

【解決手段】 重合に用いる2, 6-ジメチルフェノー
ルに含まれる他のアルキルフェノール含量を0.30重
量%未満に減じる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 2, 6-ジメチルフェノールを触媒と酸素を用いて溶媒中に酸化重合させポリフェニレンエーテルを製造する工程において、2, 6-ジメチルフェノール中に含まれる他のアルキルフェノールの含量が0.30重量%未満であることを特徴とするポリフェニレンエーテルの製造方法。

【請求項2】 アルキルフェノールがオルソクレゾー



(式中、R₁、R₂、R₃、R₄はそれぞれ独立に水素、炭素数1から6の直鎖状または分岐状アルキル基で、全てが同時に水素ではない。R₅は炭素数2から5の直鎖状またはメチル分岐を持つアルキレン基である)

の構造を持つジアミン化合物、からなる触媒を用いることを特徴とする特許請求項1記載のポリフェニレンエーテルの製造方法。

【請求項4】 銅化合物の量が2, 6-ジメチルフェノールに対して銅として0.3モル%以下であることを特徴とする特許請求項3記載のポリフェニレンエーテルの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は重合活性の高い改良されたポリフェニレンエーテルの製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 フェノール性化合物を酸化重合させることでポリフェニレンエーテルを製造する際に用いられる重合触媒としては、特公昭36-18692号公報で提案されて以来、銅化合物と各種アミンとの組み合わせが多数提案されてきた。即ち、銅化合物の種類及びこれと共に働くハロゲン化合物の提案、またアミンに関しても1級アミンか2級アミンか3級アミンかという選択や、モノアミンかジアミンかポリアミンか等の種々の提案がなされてきた。

【0003】 例えば、古くは米国特許3306875号、同3344116号及び、同3432466明細書では銅化合物とN, N, N', N' -テトラメチル-1, 4-ブタンジアミン等のテトラアルキルタイプのジアミンの触媒系を用いる方法や、特公昭52-17075号、特公昭52-17076号の各公報では銅化合物とテトラアルキルタイプのジアミン及びヨウ素化合物との組み合わせも提案されている。また特公昭59-53012号、特公昭59-23332号の各公報では銅化合物とN, N' -ジ-tert-ブチルエチレンジアミン及びN-メチルビロリジン等の3級アミンの組み合わせや前記3級アミンとジ-n-ブチルアミン等の2級モ

ル、オルトエチルフェノール、メタクレゾール、バラクレゾール、2, 4, 6-トリメチルフェノールのいずれかまたは2種以上からなる特許請求項1記載のポリフェニレンエーテルの製造方法。

【請求項3】 使用する触媒が、(a) 銅化合物および(b) 下記式(1)

【化1】

ノアミンとの組み合わせからなる方法等が提案されてきた。更に特開昭64-33131号公報には銅化合物と2級脂肪族アミンまたは2級脂肪族アミンと特殊な構造を持つアニリン類とN, N, N', N' -テトラメチル-1, 3-ジアミノ(置換または非置換)プロパン及び臭素化合物もしくは塩素化合物を用いることにより耐水性の改良された高活性な方法が開示されている。

【0004】 これらの方法では原料となる2, 6-ジメチルフェノール中の副生成物には特に注意を払うことなく使用されてきた。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 重合に使用される2, 6-ジメチルフェノールの製法によっては重合活性が十分ではないという問題点があった。本発明は上記の従来技術の問題点を解決し、重合活性が向上された工業的に有益なポリフェニレンエーテルの製造方法を提供することを目的とする。

【0006】

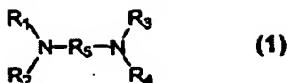
【課題を解決するための手段】 本発明者らは上記の課題を解決するため、鋭意検討を進めた結果、驚くべきことに、2, 6-ジメチルフェノールを製造する際に生成する副生成物が重合活性を著しく阻害していることを見出し本発明に至った。すなわち本発明は、2, 6-ジメチルフェノールを触媒と酸素を用いて溶媒中に酸化重合させポリフェニレンエーテルを製造する工程において、2, 6-ジメチルフェノール中に含まれる他のアルキルフェノールの含量を0.30重量%未満に減じることによって、良好な重合活性が得られる。

【0007】 以下本発明を詳細に説明する。本発明に用いられる重合触媒は特に限定されないが、好ましく作用する触媒は次のようなものである。

(a) 銅化合物および(b) 下記式(1)

【0008】

【化2】



(式中、R₁、R₂、R₃、R₄はそれぞれ独立に水素、炭素数1から6の直鎖状または分枝状アルキル基で、全てが同時に水素ではない。R₅は炭素数2から5の直鎖またはメチル分枝を持つアルキレン基である)

【0009】の構造を持つジアミン化合物からなる触媒である。ここで述べられた触媒成分(a)の銅化合物の例を列挙する。好適な銅化合物としては第一銅化合物、第二銅化合物またはそれらの混合物を使用することができる。第二銅化合物としては、例えば塩化第二銅、臭化第二銅、硫酸第二銅、硝酸第二銅等を例示することができる。また第一銅化合物としては、例えば塩化第一銅、臭化第一銅、硫酸第一銅、硝酸第一銅等を例示することができる。これらの中で特に好ましい金属化合物は第一銅、第二銅化合物については塩化第一銅、塩化第二銅、臭化第一銅、臭化第二銅である。またこれらの銅塩は酸化物、炭酸塩、水酸化物等と対応するハロゲンまたは酸から使用時に合成しても良い。銅化合物の使用量は特に限定されないが、後述するジアミン化合物と組み合わせた場合、通常フェノール性化合物100モルに対して銅として0.00001~0.5モル以下、好ましくは0.0001~0.3モルの範囲で用いられる。さらに好ましくは0.0001~0.150モルの範囲で用いられる。このことは銅化合物が極めて低濃度で使用され得ることを示しており、このような活性の高い触媒を用いる場合に本発明は有効に作用される。

【0010】次に触媒成分(b)のジアミン化合物の例を列挙する。例えばN、N、N'、N'ーテトラメチルエチレンジアミン、N、N、N'ートリメチルエチレンジアミン、N、N'ージメチルエチレンジアミン、Nーメチルエチレンジアミン、N、N、N'、N'ーテトラエチルエチレンジアミン、N、N、N'ートリエチルエチレンジアミン、N、N'ージエチルエチレンジアミン、N、N-ジエチルエチレンジアミン、N-エチルエチレンジアミン、N、N-ジメチル-N'ーエチルエチレンジアミン、N、N'ージメチル-N-エチルエチレンジアミン、N-n-プロピルエチレンジアミン、N、N'ーn-プロピルエチレンジアミン、N-i-プロピルエチレンジアミン、N、N'ーi-プロピルエチレンジアミン、N-n-ブチルエチレンジアミン、N、N'ーn-ブチルエチレンジアミン、N-i-ブチルエチレンジアミン、N、N'ーi-ブチルエチレンジアミン、N-t-ブチルエチレンジアミン、N、N'ーt-ブチルエチレンジアミン、N、N、N'、N'ーテトラメチル-1,3-ジアミノプロパン、N、N、N'ートリメチル-1,3-ジアミノプロパン、N、N'ージメチル-1,3-ジアミノプロパン、N-メチル-1,3-ジアミノプロパン、N、N、N'、N'ーテトラメチル-1,3-ジア

ミノー1-メチルプロパン、N、N、N'、N'ーテトラメチル-1,3-ジアミノ-2-メチルプロパン、N、N、N'、N'ーテトラメチル-1,4-ジアミノブタン、N、N、N'、N'ーテトラメチル-1,5-ジアミノペンタン等が挙げられる。本発明にとって好ましいジアミン化合物は2つの窒素原子をつなぐアルキレン基の炭素数が2または3のものである。これらのジアミン化合物の使用量は特に限定されないが、通常フェノール性化合物100モルに対して0.01モル~10モルの範囲で用いられる。

【0011】この触媒成分には本発明にとって更に好ましい実施形態として次の成分を加えることができる。即ち、(イ)上記触媒に更に第2級脂肪族アミン、N-炭化水素置換アニリン、N-(置換または非置換フェニル)アルカノールアミンから選ばれた少なくとも1種類のモノアミンを加える場合、(ロ)臭素化合物もしくは塩素化合物を加える場合、(ハ)スルホン酸またはその塩を加える場合、(二)第3級モノアミンを加える場合である。(a)、(b)から成る触媒へ(イ)、(ロ)、(ハ)、(二)それぞれは単独に加えても、2種以上用いて加えても良い。即ち、[(a)、(b)]+(イ)、[(a)、(b)]+(ロ)、[(a)、(b)]+(二)、[(a)、(b)]+(イ)+(ロ)、[(a)、(b)]+(二)、[(a)、(b)]+(イ)+(二)、[(a)、(b)]+(ロ)+(二)、[(a)、(b)]+(イ)+(ロ)+(二)、[(a)、(b)]+(イ)+(ロ)+(ハ)、[(a)、(b)]+(イ)+(ロ)+(二)、[(a)、(b)]+(イ)+(ロ)+(ハ)、[(a)、(b)]+(イ)+(ロ)+(二)、[(a)、(b)]+(イ)+(ロ)+(ハ)、[(a)、(b)]+(イ)+(ロ)+(二)、[(a)、(b)]+(イ)+(ロ)+(ハ)の各種の組み合わせがある。

【0012】(イ)の例として第2級脂肪族アミンとしては例えば、ジメチルアミン、ジエチルアミン、ジ-n-プロピルアミン、ジ-i-ソ-プロピルアミン、ジ-n-ブチルアミン、ジ-1-ソ-ブチルアミン、ジ-t-エチルアミン、ジベンチルアミン類、ジヘキシルアミン類、ジオクチルアミン類、ジデシルアミン類、ジベンジルアミン類、メチルエチルアミン、メチルプロピルアミン、メチルブチルアミン、シクロヘキシルアミン等が挙げられる。N-(置換または非置換フェニル)アルカノールアミンとしては例えば、N-フェニルメタノールアミン、N-フェニルエタノールアミン、N-フェニルプロパノールアミン、N-(m-メチルフェニ

ル) エタノールアミン、N-(p-メチルフェニル)エタノールアミン、N-(2', 6'-ジメチルフェニル)エタノールアミン、N-(p-クロロフェニル)エタノールアミン等が挙げられる。N-炭化水素置換アニリンとしては例えば、N-エチルアニリン、N-ブチルアニリン、N-メチル-2-メチルアニリン、N-メチル-2, 6-ジメチルアニリン、ジフェニルアミン等が挙げられるがこれらの例には限定されない。これらのモノアミン化合物は(イ)成分として単独でも用いられるし、2種類以上組み合わせて用いても良い。使用量は特に限定されないがフェノール性化合物100モルに対し0.05モル~1.5モルの範囲であり好ましくは0.1~1.0モルの範囲である。

【0013】(ロ)の臭素化合物若しくは塩素化合物としては特に限定されず、従来知られている臭素化合物または塩素化合物がいずれも使用できる。例えば臭化水素、塩化水素、臭化ナトリウム、塩化ナトリウム、臭化カリウム、塩化カリウム、臭化塩化テトラメチルアンモニウム、塩化テトラメチルアンモニウム、臭化テトラエチルアンモニウム、塩化テトラエチルアンモニウム、塩化トリオクチルメチルアンモニウム、塩化セチルトリメチルアンモニウム等である。またこれらは水溶液や適当な溶媒を用いた溶液として使用できる。これらの臭素化合物若しくは塩素化合物は(ロ)成分として単独でも用いられるし、2種類以上組み合わせて用いても良い。使用量は特に限定されないが使用される銅1モルに対し0.5~2.0モルの範囲であり好ましくは1~1.0モル程度用いられる。

【0014】(ハ)のスルホン酸またはその塩としては例えば、ベンゼンスルホン酸、2-メチルスルホン酸、3-メチルスルホン酸、p-トルエンスルホン酸、2, 6-ジメチルベンゼンスルホン酸、2, 4-ジメチルベンゼンスルホン酸、2, 4, 6-トリメチルベンゼンスルホン酸(2-メシチレンスルホン酸)、2, 4, 5-トリクロロベンゼンスルホン酸、3-ニトロベンゼンスルホン酸、1-ナフタレンスルホン酸、2-ナフタレンスルホン酸等の酸やそれに対応する塩(ナトリウム塩、カリウム塩、アンモニウム塩等)、ビス(2-エチルヘキシル)スルホコハク酸ナトリウム等が挙げられる。これらのスルホン酸またはその塩は(ハ)成分として単独でも用いられるし、2種類以上組み合わせて用いても良い。使用量は特に限定されないが使用される銅1モルに対し0.5~2.0モルの範囲であり好ましくは1~1.0モル程度用いられる。

【0015】(二)の第3級モノアミンとは、脂環式3級アミンを含めた脂肪族3級アミンである。例えばトリメチルアミン、トリエチルアミン、トリプロピルアミン、トリブチルアミン、トリイソブチルアミン、ジメチルエチルアミン、ジメチルプロピルアミン、アリルジチルアミン、ジメチル-n-ブチルアミン、ジエチルイ

ソプロピルアミン、N-メチルシクロヘキシルアミン等が挙げられる。これらの第3級モノアミンは(二)成分として単独でも用いられるし、2種類以上組み合わせて用いても良い。これらの使用量は特に限定されないが、通常フェノール性化合物100モルに対して0.1~1.0モルの範囲で用いられる。

【0016】本発明に用いられる溶媒とは、重合活性を示す溶媒であれば特に限定されないが、代表的には以下に示す溶媒を1種または2種以上含むものから構成される。メタノール、エタノール、n-ブロパノール、i s o-ブロパノール、n-ブタノール、i s o-ブタノール、s e c-ブタノール、n-ベンタノール、n-ヘキサノール、アリルアルコール等のアルコール類、ベンゼン、トルエン、キシレン(o-, m-, p-の各異性体を含む)、エチルベンゼン、スチレン等の芳香族炭化水素、クロロホルム、塩化メチレン、1, 2-ジクロロエタン、クロロベンゼン、ジクロロベンゼン等のハロゲン化炭化水素、ニトロベンゼンのようなニトロ化合物、ベンタン、ヘキサン、ヘプタン、シクロヘキサン、シクロヘプタン等の脂肪族炭化水素類、酢酸エチル、ギ酸エチル等のエステル類、テトラヒドロフラン、ジエチルエーテル等のエーテル類、ジメチルスルホキシド等が例示される。この中で好ましくは炭素数が6以下のアルコール、キシレン、トルエンが挙げられる。

【0017】本発明におけるアルキルフェノールとは2, 6-ジメチルフェノールを製造する際に副製する生成物であり、代表的な例としてオルソクレゾール、オルトエチルフェノール、メタクレゾール、バラクレゾール、2, 4, 6-トリメチルフェノールのいずれかまたは2種以上からなるものが挙げられる。重合形式については特に制限はない。2, 5-ジメチルフェノールを酸化重合させて得られる重合体であるポリフェニレンエーテルに対する良溶媒と貧溶媒の比率を選ぶことによって溶液重合法にもなるし、反応の進行とともに重合体が反応溶媒中に粒子として析出する沈殿重合法にもなる。

【0018】本発明はバッチ重合法、連続重合法、溶液重合法、沈殿重合法いずれの方法にも適用できる。重合反応系に溶媒間の相分離性改善や活性向上等の目的で界面活性剤を加えることができる。アルカリ金属の水酸化物、アルカリ土類金属の水酸化物、アルカリ金属のアルコキサイド、硫酸マグネシウム等の中性塩、ゼオライト等も添加することができる。

【0019】重合反応温度については、低すぎると反応が進行しにくく、また高すぎると反応の選択性が低下することがあるので、0~80℃、好ましくは10~70℃の範囲である。本発明の酸化重合における酸素は純酸素の他、窒素等の不活性ガスと任意の割合で混合したもの及び空気等が使用できる。重合反応中の系内圧力は常圧で充分であるが必要に応じて減圧でも加圧でも使用できる。

【0020】

【発明の実施の形態】次に実施例により本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらの例によってなんら限定されるべきではない。2, 6-キシレノールの重合では重合の進行に伴って酸素が消費される。この酸素消費量の経時変化をガスピュレットを用いて追跡し、重合開始後2時間に消費された酸素体積の合計値を測定した。この測定値を標準状態体積に換算した数値によって重合活性の評価を行った。

【0021】

【実施例1】2, 6-ジメチルフェノール30gとn-ヘキサン50mlを200mlのフラスコに加え、40℃に加温しながら攪拌を続けた。2, 6-ジメチルフェノールが全て溶解した後に冷蔵庫において0℃にまで冷却した。2時間後、フラスコ内には2, 6-ジメチルフェノールの結晶が析出したため、これをろ過して分離した。このようにして得られた2, 6-ジメチルフェノールの結晶を用いて同様の操作を繰り返し行った。以上の操作によって得られた2, 6-ジメチルフェノールをガスクロマトグラフィーによって分析を行った。上記の精製操作によって得られた2, 6-ジメチルフェノールの結晶10. 0000gを精秤してサンプル瓶にいれ、10重量%の濃度となるように1, 4-ジオキサンを加えて完全に溶解させたものを測定試料として使用した。ガスクロマトグラフィーの分析計には株式会社島津製作所製のGC-14Bを使用し、カラムには日本クロマト工業株式会社製のSilicone OV-101を充填した内径3. 2mm、長さ5mのカラムを用い、キャリヤガスには窒素、アルゴン、ヘリウムの混合ガスを用いた。試料注入口の温度は200℃とし、カラムの温度は測定試料注入時から35分間は115℃とし、その後、1℃/分の速さで温度を130℃にまで上昇させた。測定試料に含まれる各成分は水素炎イオン化検出法によって検出され、予め作成した2, 6-ジメチルフェノール以外のアルキルフェノールに起因するピーク面積と組成比の関係を表す検量線を使って、2, 6-ジメチルフェノールに含まれる他のアルキルフェノールの組成を求めた。その結果、精製された2, 6-ジメチルフェノールに含まれる他のアルキルフェノールの合計の組成は10ppm以下であることがわかった。ここで言う他のアルキルフェノールとは、具体的にはオルソクレゾール、メタクレゾール、バラクレゾール、オルトエチルフェノール、2, 4, 6-トリメチルフェノールを示す。なお、上記の精製操作を行う前の2, 6-ジメチルフェノールをガスクロマトグラフィーによる分析を行ったところ、0. 30重量%の他のアルキルフェノールが検出された。上記の精製操作によって得られた純粋な2, 6-ジメチルフェノールを用いて重合を行った。即ち、マグネチックスターラーバーの入った200mlの4口フラスコに上記の操作によって得られた純粋な2, 6-ジメチ

ルフェノール4. 00g(32. 7ミリモル)とトルエン26. 86gを加えて完全に溶解させ、更に粉末状の無水硫酸カルシウム3. 0gを加えた。また等圧滴下ロートに臭化第二銅0. 0012g(0. 0056ミリモル)とN, N, N'-トリメチル-1, 3-ジアミノブロバン0. 1902g(1. 64ミリモル)を加えて完全に溶解させた後、トルエン8. 9521gを加え良好に混合させた。この調製された触媒溶液の入った滴下ロートを先の4口フラスコに取り付け、残りの口には冷却

10 管、温度計、バルブ付き酸素導入管を取り付けた。冷却管の上部口を酸素吸収量を測定するためのガスピュレット、マノメーター、バルブ付き酸素排出管につないだ。酸素を導入管から導入して排出管から系内空気を排除しつつ系内を酸素置換し、温度管理のできる水浴に漬けた。酸素導入管のバルブと酸素排出管のバルブを閉鎖して安定するまで待ち、滴下ロートから触媒溶液を一気にフラスコ内に加え、激しく攪拌しながら重合を開始させた。混合直後の溶液組成は以下の通りである。即ち、混合物中の2, 6-ジメチルフェノールは10重量%であり、銅は2, 6-ジメチルフェノールのモル数に対して0. 017モル%であり、N, N, N'-トリメチル-1, 3-ジアミノブロバンは2, 6-ジメチルフェノールのモル数に対して5. 0モル%である。重合溶液の温度は40℃で管理された。重合時間に対する酸素吸収量をガスピュレットで測定し、重合開始後、2時間に消費された総酸素吸収量を測定した。このようにして求められた総酸素吸収量は標準状態で290mlであった。

【0022】

【実施例2】実施例1の重合実験で使用されたものと同じ2, 6-ジメチルフェノールを用いて重合を行った。即ち、マグネチックスターラーバーの入った200mlの4口フラスコに実施例1で説明した精製操作によって得られた純粋な2, 6-ジメチルフェノール4. 00g(32. 7ミリモル)とトルエン16. 11g、n-ブタノール5. 37g、メタノール5. 37gを加えて完全に溶解させた。また等圧滴下ロートに塩化第二銅2水和物0. 00095g(0. 0056ミリモル)とメタノール1. 790gを加えて完全に溶解させたところに、別の容器で調製したN, N, N', N'-テトラメチル-1, 3-ジアミノブロバン0. 1902g(1. 64ミリモル)とトルエン5. 371gとn-ブタノール1. 790gからなる液を加え良好に混合させた。この調製された触媒溶液の入った滴下ロートを先の4口フラスコに取り付け、残りの口には冷却管、温度計、バルブ付き酸素導入管を取り付けた。冷却管の上部口を酸素吸収量を測定するためのガスピュレット、マノメーター、バルブ付き酸素排出管につないだ。酸素を導入管から導入して排出管から系内空気を排除しつつ系内を酸素置換し、温度管理のできる水浴に漬けた。酸素導入管のバルブと酸素排出管のバルブを閉鎖して安定するまで待ち、

滴下ロートから触媒溶液を一気にフラスコ内に加え、激しく攪拌しながら重合を開始させた。混合直後の混合溶液の組成は以下の通りである。即ち、混合物中の2, 6-ジメチルフェノールは10重量%、溶媒重量比はトルエン:n-ブタノール:メタノール=60:20:20からなる比であり、銅は2, 6-ジメチルフェノールのモル数に対して0.017モル%であり、N, N, N', N'-テトラメチル-1, 3-ジアミノプロパンは2, 6-ジメチルフェノールのモル数に対して5.0モル%である。重合溶液温度は40℃で管理された。重合時間に対する酸素吸収量をガスピュレットで測定し、重合開始後、2時間に消費された総酸素吸収量を測定した。このようにして求められた総酸素吸収量は標準状態で283mlであった。

【0023】

【実施例3】実施例2でN, N, N', N'-テトラメチル-1, 3-ジアミノプロパンの代わりに、N, N, N'-トリメチル-1, 3-ジアミノプロパン0.1902g(1.64ミリモル)を用いたこと以外は実施例2と同様に行った。総酸素吸収量は標準状態で112mlであった。

【0024】

【実施例4】実施例2で塩化第二銅2水和物の代わりに、臭化第二銅0.0012g(0.0056ミリモル)を用いたこと以外は実施例2と同様に行った。総酸素吸収量は標準状態で195mlであった。

【0025】

【比較例1】2, 6-ジメチルフェノールに対して0.30重量%の他のアルキルフェノールを含む未精製の2, 6-ジメチルフェノールを、精製された2, 6-ジメチルフェノールの代わりに用いたこと以外は、実施例1と同様に行った。総酸素吸収量は標準状態で237mlであった。

【0026】

【比較例2】精製された2, 6-ジメチルフェノールに2, 6-ジメチルフェノールに対して0.50重量%

オルソクレゾールを加えたものを、精製された2, 6-ジメチルフェノールの代わりに用いた以外は、実施例1と同様に行った。総酸素吸収量は標準状態で204mlであった。

【0027】

【比較例3】精製された2, 6-ジメチルフェノールに2, 6-ジメチルフェノールに対して0.30重量%のオルソクレゾールを添加したものを、精製された2, 6-ジメチルフェノールの代わりに用いたこと以外は、実施例2と同様に行った。総酸素吸収量は標準状態で217mlであった。

【0028】

【比較例4】2, 6-ジメチルフェノールに対して0.30重量%の他のアルキルフェノールを含む未精製の2, 6-ジメチルフェノールを、精製された2, 6-ジメチルフェノールの代わりに用いたこと以外は、実施例3と同様に行った。総酸素吸収量は標準状態で91mlであった。

【0029】

【比較例5】2, 6-ジメチルフェノールに対して0.30重量%の他のアルキルフェノールを含む未精製の2, 6-ジメチルフェノールを、精製された2, 6-ジメチルフェノールの代わりに用いたこと以外は、実施例3と同様に行った。総酸素吸収量は標準状態で179mlであった。

【0030】

【発明の効果】本発明による方法では、2, 6-ジメチルフェノールに含まれる他のアルキルフェノールが除去された、高純度な2, 6-ジメチルフェノールを用いているため、触媒の使用量が少なくて済み、この為重合体中の触媒残留分の除去工程において使用される溶剤の量が少なくて済む。この結果、溶剤の回収コストが低減され、また触媒除去のための設備も小型化できるなど触媒の除去工程が大きく簡略化される。更に本発明による方法では重合活性が非常に高く高効率の生産性が実現できる。